

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-110584

(43)Date of publication of application : 28.04.1997

(51)Int.Cl.

C30B 23/02  
C30B 29/36  
// H01L 33/00

(21)Application number : 07-277628

(71)Applicant : SANYO ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 25.10.1995

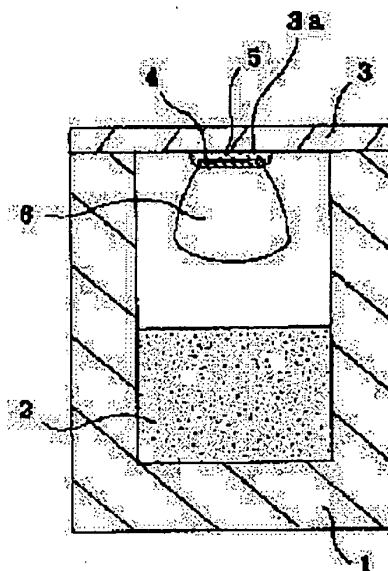
(72)Inventor : OTA KIYOSHI  
KOGA KAZUYUKI

## (54) GROWING OF SINGLE CRYSTAL

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a single crystal having excellent crystalline properties by bonding a seed crystal with a holding part through a carbonized layer in a method growing a single crystal on a seed crystal held by a holding part.

**SOLUTION:** In this growing method of a single crystal, a raw material 2 comprising powdery or granular carbon having about 1-200  $\mu$ m as a raw material of a SiC single crystal is prepared in, e.g. a graphite crucible 1. A carbon-based carbonized layer (adhesive layer) 5 having several  $\mu$ m layer thickness is existed in almost whole area between a seed crystal 4 comprising SiC and opposingly provided to the raw material 2 and a seed crystal holding plane (holding part) 3a of a holder 3 made of graphite and is also as a cap material of the crucible 1, then the seed crystal 4 is fixed on the holder 3. A single crystal is grown on the seed crystal 4. Thus, uniformity of a temperature distribution of the seed crystal 4 in the plane is increased, crystalline properties are improved, and since a space is not generated between the seed crystal 4 and the holding part, a large defect in the grown crystal by a thermal etching is also not generated.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-110584

(43) 公開日 平成9年(1997)4月28日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B 23/02			C 3 0 B 23/02	
			29/36	A
// H 0 1 L 33/00			H 0 1 L 33/00	A

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 5 頁)

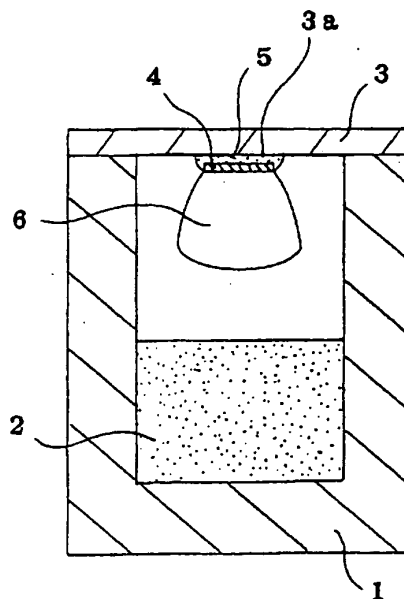
(21) 出願番号	特願平7-277628	(71) 出願人	000001889 三洋電機株式会社 大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号
(22) 出願日	平成7年(1995)10月25日	(72) 発明者	太田 潔 大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号 三洋電機株式会社内
		(72) 発明者	古賀 和幸 大阪府守口市京阪本通2丁目5番5号 三洋電機株式会社内
		(74) 代理人	弁理士 岡田 敬

(54) 【発明の名称】 単結晶成長方法

(57) 【要約】

【課題】 結晶性のよい単結晶を成長する方法を提供することである。

【解決手段】 保持部3にて保持される種結晶4上に単結晶を成長させる単結晶成長方法において、種結晶4と保持部3がこれら間に介在する炭化層5により機械的に結合された状態で該種結晶上に単結晶を成長する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 保持部にて保持される種結晶上に単結晶を成長させる単結晶成長方法において、前記種結晶と前記保持部がこれら間に介在する炭化層により結合された状態で該種結晶上に単結晶を成長することを特徴とする単結晶成長方法。

【請求項2】 原材料を加熱昇華させ、該原材料側と対向配設された保持部に配置した種結晶上に炭化ケイ素単結晶を成長させる単結晶成長方法において、前記種結晶と前記保持部がこれら間に介在する炭化層により結合された状態で該種結晶上に単結晶を成長することを特徴とする単結晶成長方法。

【請求項3】 保持部にて保持される種結晶上に単結晶を成長させる単結晶成長方法において、前記種結晶と前記保持部の間に高分子材料を含有する液状接着材を介在させた後、高温処理することにより前記種結晶と前記保持部を機械的に結合する工程と、該工程後に前記種結晶上に単結晶を成長することを特徴とする単結晶成長方法。

【請求項4】 前記高分子材料は、フェノール樹脂、ノボラック樹脂、又はクロロメチル化ポリスチレンの少なくとも1つであることを特徴とする請求項3記載の単結晶成長方法。

【請求項5】 前記高分子材料はレジスト材料であることを特徴とする請求項3又は4記載の単結晶成長方法。

【請求項6】 前記高温処理により前記高分子材料が炭化されることを特徴とする請求項3、4、又は5記載の単結晶成長方法。

【請求項7】 前記高温処理は、400～600℃の温度であることを特徴とする請求項3、4、5、又は6記載の単結晶成長方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は単結晶成長方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 炭化ケイ素（SiC）は物理的、化学的に安定であり、且つ禁制帯幅が広い半導体であることから、耐環境性半導体素子及び短波長発光ダイオードの材料として注目されている。

【0003】 SiCには、3C形、4H形、6H形、15R形等各種の結晶形が存在する。このうち3C形SiCは高温あるいは放射線の照射される環境下で作動する能動素子に用途が考えられている。また6H形SiCは禁制帯幅が約2.9eVであり、青色発光素子として用いられている。4H形SiCは、約3.2eVと6H形SiCよりも広い禁制帯幅をもつため、青色から紫色の発光ダイオードや、その他の結晶形のSiCとのヘテロ接合デバイスに用途が考えられている。

【0004】 SiC基板用単結晶の成長方法としては、

SiC原材料の分解・昇華を利用した昇華法、又はSi化合物とC化合物を高温で合成するアチソン法がある。しかし、アチソン法では不純物制御及び結晶サイズの制御が困難であることから、昇華法が多く用いられている。

【0005】 この昇華法によるSiC単結晶成長方法としては、例えば実公平4-42911号（H01L21/203）公報に掲載されている。

【0006】 図3（a）にこのSiC単結晶成長装置の概略断面図、図3（b）に要部概略拡大斜視図を示す。

【0007】 図3（a）中、101はグラファイトからなるルツボであり、該ルツボ101内には粉末状SiCの原材料102が準備されている。103は内側下面に6H形SiC結晶からなるSiC種結晶104を設置固定するためのグラファイトからなる蓋体であるホルダーであり、前記ルツボ101の開口部105上に載置（配設）されている。

【0008】 上記種結晶104の設置固定は、図3

（b）に示すように、グラファイト製L字部材106、106をその一辺が種結晶104表面に当接し、他辺が保持部103aの側壁にビス107、107にて止めることにより行われる。

【0009】 前記ルツボ101は、その内部が約10 Torr程度のArガス雰囲気にある状態で高周波誘導により加熱される。従って、前記ルツボ101内の原材料102は該ルツボ101からの熱伝導や熱輻射により約2300～2400℃に加熱されて分解、昇華し、ホルダー103の内側下面に設置固定され、原材料より低温の約2200～2300℃にあるSiC種結晶104の表面で再結晶して6H形SiC単結晶が成長する。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記種結晶104のホルダー103への固定方法では、ホルダー103の温度上昇と共に、種結晶104と保持部103aの間の密着性が悪くなる。この結果、種結晶104の面内温度分布が均一でなくなり、また十分な温度に達しなくなる場合も生じるため、結晶多形や欠陥の増大等の結晶性の悪化が生じる。

【0011】 また、上記種結晶104と保持部103aの間の隙間において、種結晶104、更には該種結晶104上に成長した単結晶から保持部103aへの炭化ケイ素の昇華が起こり、所謂、種結晶104上に成長した単結晶のサーマルエッチング現象によって成長単結晶への大きな欠陥が生じる。

【0012】 本発明は上記問題点を鑑みて、結晶性のよい単結晶を成長する方法を提供することが目的である。

【0013】

【課題を解決するための手段】 本発明の単結晶成長方法は、保持部にて保持される種結晶上に単結晶を成長させる単結晶成長方法において、前記種結晶と前記保持部が

これら間に介在する炭化層により結合された状態で該種結晶上に単結晶を成長することを特徴とする。

【0014】本発明の単結晶成長方法は、原材料を加熱昇華させ、該原材料側と対向配設された保持部に配置した種結晶上に炭化ケイ素単結晶を成長させる単結晶成長方法において、前記種結晶と前記保持部がこれら間に介在する炭化層により結合された状態で該種結晶上に単結晶を成長することを特徴とする。

【0015】本発明の単結晶成長方法は、保持部にて保持される種結晶上に単結晶を成長させる単結晶成長方法において、前記種結晶と前記保持部の間に高分子材料を含有する液状接着材を介在させた後、高温処理することにより前記種結晶と前記保持部を機械的に結合する工程と、該工程後に前記種結晶上に単結晶を成長することを特徴とする。

【0016】特に、前記高分子材料は、フェノール樹脂、ノボラック樹脂、又はクロロメチル化ポリスチレンの少なくとも1つであることを特徴とする。

【0017】また、前記高分子材料はレジスト材料であることを特徴とする。

【0018】更に、前記高温処理により前記高分子材料が炭化されることを特徴とする。

【0019】特に、前記高温処理は、400～600℃の温度であることを特徴とする。

【0020】

【発明の実施の形態】本発明の一実施形態について図面を参照しつつ詳細に説明する。尚、図1はこの実施形態に係る昇華法を用いる単結晶成長装置の概略断面図である。

【0021】1はグラファイトからなるルツボであり、該ルツボ1内には、SiC単結晶の原料である粉末状または顆粒状の粒径1～200 $\mu$ m程度のカーボンからなる原材料2が準備されている。3はルツボ1の蓋体でもあるグラファイトからなるホルダーである。

【0022】4は原材料2に対向配置されたSiCからなる種結晶であり、種結晶4とホルダー3の種結晶保持面（保持部）3a間の略全域には層厚数 $\mu$ mの主成分が炭素からなる炭化層（接着層）5が介在することにより、種結晶4がホルダー3に固定されている。

【0023】前記ルツボ1、前記ホルダー3からなるSiC単結晶成長装置は、図示していないArガス等を導入する反応管内に配置され、その周囲に図示しない高周波誘導加熱用コイルが巻回されている。

【0024】ここでは、SiC種結晶4として1～4cm<sup>2</sup>の板状で結晶形が6H形SiCであるものを用い、上記SiC単結晶成長装置で従来例と同様に6H形SiC単結晶6を作成した。

【0025】即ち、ルツボ1の内部が約10 Torr程度のArガス雰囲気となった状態で、ルツボ1を高周波誘導により加熱することにより、ルツボ1内の原材料2

のSiCが該ルツボ1からの熱伝導や熱輻射により2300～2400℃に加熱されて分解、昇華し、ホルダー3の内側下面に設置固定され、ホルダー3からの熱伝導によってルツボ1より低温の約2200～2300℃程度にある6H形SiC種結晶4の表面に再結晶されてSiC単結晶6が成長される。

【0026】上記方法では、種結晶4がホルダー3に炭化層5を介して略完全に密着しているので、種結晶4の温度が略均一となる。この結果、成長した結晶性の劣化や大型欠陥が防止できる。

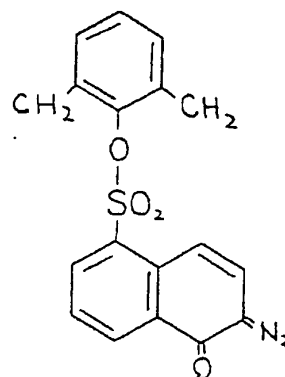
【0027】また、炭化層5の主成分の炭素は結晶成長の際の不純物や種結晶表面の汚染源となる恐れも殆どなく、しかも成長単結晶がSiCの場合、炭素はSiC単結晶の構成元素であるので、炭化層5が結晶性を劣化する恐れもない。

【0028】上記炭化層5により種結晶4と保持面3aの固定は、例えば以下に行われる。図2はこの固定方法を示す工程図である。

【0029】まず、図2（a）に示すように、グラファイト製ホルダー3の種結晶保持面3a上に、高分子材料を含有する液状接着材7を塗布する。なお、液状接着材7として、ノボラック樹脂をセロソルブアセテート溶剤中に溶かしたレジスト材を使用した。ここでは、ノボラック樹脂は例えば下記構造式のものをを用いた。

【0030】

【化1】



【0031】その後、図2（b）に示すように、種結晶4を液状接着材7上に載せる。なお、この工程において、約500g程度の加圧をかけることにより種結晶4とホルダー3の接着状態は好ましくなる。

【0032】次に、図2（c）に示すように、上記種結晶4を接着した状態のホルダー3を例えばホットプレート8上に設置し、400～600℃程度の温度で約10～60分、好ましくは約500℃で約20分の高温加熱を行う。

【0033】この高温加熱工程において、種結晶4とホルダー3の間に介在する大部分の液状接着材7は種結晶4とホルダー3の間から外へ流出し、種結晶4の周囲に

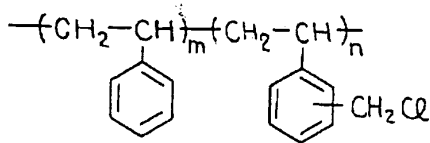
液状接着材7の溜7aが生じると共に、液状接着材7の炭化現象が起こる。この炭化現象により形成された主成分が炭素からなる炭化層にて、種結晶4のホルダー3への固定がなされる。

【0034】この方法では、種結晶4がホルダー3の間に略全域に薄膜状の炭化層5を形成できる。この結果、結晶成長の際、種結晶4の温度分布が非常に均一となる。

【0035】上述では、高分子材料としてノボラック樹脂を用いたが、他のものも適宜使用でき、例えばポリマーであるフェノール樹脂や下記構造式を代表とするクロロメチル化ポリスチレン等のレジスト材料を溶剤に溶かしたものが使える。

【0036】

【化2】



但し、 $n, m$  は正の数

【0037】なお、高分子材料としては、炭化に至るまでに、体積が増大するものより体積が減少するものの方が、種結晶4とホルダー3の密着性の観点から好ましい。

【0038】また、液状接着材7は有機物からのみなるものが、不純物源とならないという観点から非常に好ましい。

【0039】また、上記単結晶装置は原材料2側の上方に種結晶4が対向する配置であったが、この逆の従来周知構成の装置にも勿論適用できる。

【0040】更に、上述では種結晶と保持面の大きさは異なったが、従来例で説明したように、種結晶と保持面は略同一形状にした方が、多結晶が生じないので好ましい。

【0041】また、上記実施形態ではSiCの結晶成長

について述べたが、他の結晶系、例えばGaAs等の結晶成長にも適用できる。

【0042】

【発明の効果】本発明の単結晶成長方法は、種結晶と保持部がこれら間に介在する炭化層により結合された状態で該種結晶上に単結晶を成長するので、成長時にも種結晶と保持部の密着性がよい。従って、種結晶の面内温度分布の均一性が増して結晶性がよくなると共に、種結晶と保持部の間に実質的に空間が生じないので、サーマルエッチングによる成長結晶への大きな欠陥の発生も生じない。

【0043】しかも、炭化層を構成する炭素は不純物源となる殆ど恐れもないので、単結晶の結晶成長面を汚染したり、また成長結晶中に取り込まれる恐れが殆どない。

【0044】特に、結晶が炭化ケイ素の場合、炭素は構成元素であるので、不純物源にはなり得ない。

【0045】また、種結晶と保持部の間に高分子材料を含有する液状接着材を介在させた後、高温処理することにより種結晶と保持部を機械的に結合する場合、種結晶と保持部の間に略全域に薄膜状の接着層を形成できる。この結果、結晶成長の際、種結晶の温度分布が非常に均一となるので、結晶性が非常によくなる。しかも、この種結晶の保持部への取り付けが容易である。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施形態に係る単結晶装置の概略断面図である。

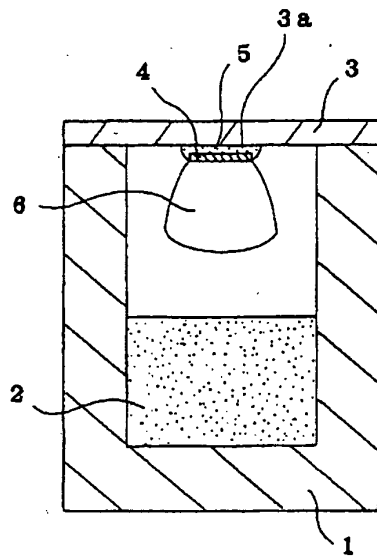
【図2】上記一実施形態に係る種結晶のホルダー（保持面）への取り付け工程図である。

【図3】従来例の単結晶装置の概略図である。

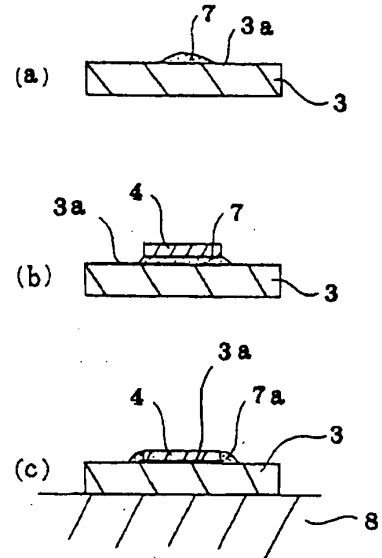
【符号の説明】

- 3   ホルダー
- 3a   保持面（保持部）
- 4   種結晶
- 5   炭化層
- 7   液状接着材

【図1】



【図2】



【図3】

